

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 2000-055794

(43) Date of publication of application : 25.02.2000

(51)Int.Cl. GO1N 1/22  
GO1N 1/28  
GO1N 31/12  
GO1N 33/20

(21) Application number : 10-219140

(71)Applicant : HORIBA LTD

(22) Date of filing : 03.08.1998

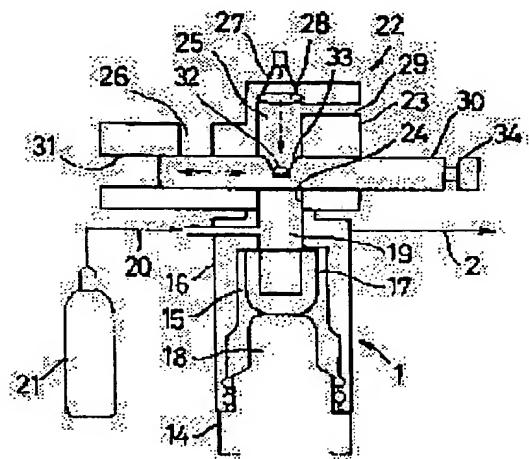
(72)Inventor : UEMURA TAKESHI

(54) ANALYZER FOR ELEMENT IN SAMPLE

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an analyzer for an element in a sample, by which the element such as nitrogen, oxygen, carbon, sulfur or the like contained in a trace amount in a blank such as iron and steel can be quantitatively analyzed with good accuracy.

**SOLUTION:** In an analyzer for an element in a sample, while an inert gas is being supplied inside an impulse furnace 1, a sample 32 inside a graphite crucible 17 is heated and melted, a gas which is extracted at this time is analyzed in a gas analytical part, and at least one out of oxygen, nitrogen and hydrogen in the sample 32 is quantitatively analyzed. In the analyzer, before the sample 32 is heated and melted, the sample 32 is irradiated with light from a halogen lamp 27. In addition, the graphite crucible 17 is electrified, and the graphite crucible 17 is burned in an empty state.



## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C) 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-55794

(P2000-55794A)

(43)公開日 平成12年2月25日 (2000.2.25)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>  
G 0 1 N 1/22  
1/28  
31/12  
33/20

識別記号

F I  
G 0 1 N 1/22  
31/12  
33/20  
1/28

テマコード(参考)  
T 2 G 0 4 2  
B 2 G 0 5 5  
G  
K

審査請求 未請求 請求項の数3 OL (全9頁)

(21)出願番号 特願平10-219140

(22)出願日 平成10年8月3日(1998.8.3)

(71)出願人 000155023

株式会社堀場製作所  
京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

(72)発明者 植村 健

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地  
株式会社堀場製作所内

(74)代理人 100074273

弁理士 藤本 英夫

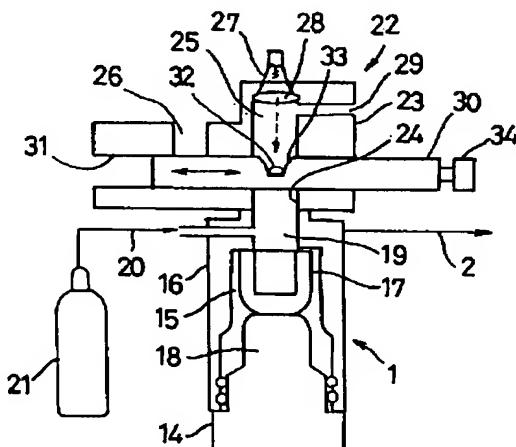
Fターム(参考) 2G042 AA01 BA02 BA04 BA05 BA07  
BA08 CA03 CB06 DA04 EA20  
FA05 FA16 GA03  
2G055 AA03 BA02 CA22 CA23 CA24  
CA25 CA27 EA01 FA02

(54)【発明の名称】 試料中の元素分析装置

(57)【要約】

【課題】 鉄鋼などの素材に微量に含まれる窒素、酸素、炭素、硫黄などの元素を精度よく定量分析することができる試料中の元素分析装置を提供すること。

【解決手段】 インパルス炉1内において不活性ガスを供給しながら黒鉛るつぼ11内の試料32を加熱融解し、そのとき抽出されるガスをガス分析部4において分析し、試料中の酸素、窒素および水素のうちの少なくとも一つを定量分析するようにした試料中の元素分析装置において、前記試料を加熱融解する前に、試料32に対してハロゲンランプ27からの光を照射するとともに、黒鉛るつぼ17に通電を行って黒鉛るつぼ17を空焼きするようにした。



1…インパルス炉

17…黒鉛るつぼ

27…ハロゲンランプ

32…試料

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 インパルス炉内において不活性ガスを供給しながら黒鉛るつぼ内の試料を加熱融解し、そのとき抽出されるガスをガス分析部において分析し、試料中の酸素、窒素および水素のうちの少なくとも一つを定量分析するようにした試料中の元素分析装置において、前記試料を加熱融解する前に、試料に対してハロゲンランプからの光を照射するとともに、黒鉛るつぼに通電を行って黒鉛るつぼを空焼きするようにしたことを特徴とする試料中の元素分析装置。

【請求項2】 高周波加熱炉内において酸素ガスを供給しながら磁製るつぼ内の試料を燃焼させ、そのとき発生するガスをガス分析部において分析し、試料中の炭素、硫黄および窒素のうちの少なくとも一つを定量分析するようにした試料中の元素分析装置において、前記試料を燃焼させる前に、試料に対してハロゲンランプからの光を照射するようにしたことを特徴とする試料中の元素分析装置。

【請求項3】 高周波コイルを巻設した抽出セルに対して不活性ガスまたは酸素ガスのいずれかを供給する一方、前記高周波コイルに通電することにより、前記抽出セル内において高周波浮揚によって金属試料を空中に保持するとともにこの試料を加熱融解し、そのときに発生するガスを不活性ガスまたは酸素ガスによってガス分析部に搬送し、このガス分析部において前記試料中に含まれる炭素、硫黄、窒素および水素のうちの少なくとも一つを定量分析するようにした試料中の元素分析装置において、前記試料を加熱融解する前に、試料に対してハロゲンランプからの光を照射するようにしたことを特徴とする試料中の元素分析装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、例えば鉄鋼などの素材中に微量に含まれるN(窒素)、O(酸素)、C(炭素)、S(硫黄)、H(水素)などの元素を分析する装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 例えば、鉄鋼中に微量に含まれるN、Oの定量分析法としては、不活性ガス中融解抽出法と赤外線吸収法および熱伝導度法とを組み合わせたものが一般に用いられ、また、鉄鋼中に微量に含まれるC、Sの定量分析法としては、酸素気流中燃焼法と赤外線吸収法とを組み合わせたものが一般に用いられている。

【0003】 すなわち、前記酸素気流中燃焼法と赤外線吸収法とを組み合わせた手法は、加熱炉内に酸素ガスを供給しながら試料としての鉄鋼を燃焼させ、そのとき発生するCO/CO<sub>2</sub>およびSO<sub>2</sub>を含む燃焼ガスを非分散型赤外線分析計(NDIR)において分析するものであり、不活性ガス中融解抽出法と赤外線吸収法および熱伝導度法は、加熱炉内に試料を入れた黒鉛るつぼを配置

し、不活性ガスを供給しながら試料としての鉄鋼を加熱融解し、そのとき発生するCO<sub>2</sub>についてはNDIRにおいて分析し、N<sub>2</sub>については熱伝導度法で分析するものである。

【0004】 ところで、鉄鋼のような試料中に微量に含まれる元素を精度よく検出するためには、試料の表面に付着している油分や汚れなど(以下、付着物といふ)を予め除去する必要がある。この付着物としては、炭化水素、炭酸ガス、水分、酸素などがある。そのため、従来においては、試料を電解研磨したり、化学研磨したり、あるいは、試料を400°C~600°Cで10分間加熱するなどの手法によって前処理を行い、付着物を除去していた。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記電解研磨や化学研磨による前処理においては、そのための器具や薬品が必要であるほか、かなりの手間がかかるといった問題がある。また、前記加熱による前処理においては、専用の加熱装置が必要であるといった問題がある。さらに、上記いずれの前処理においても、分析に際しては前処理を行った試料をインパルス炉などの抽出炉に配置しなければならないが、このとき、試料の取扱いを細心の注意をもって行い、付着物が再度付着しないようにする必要があるが、この試料の取扱い時に付着物が再付着することが避けられない。

【0006】 この発明は、上述の事柄に留意してなされたもので、その目的は、鉄鋼などの素材に微量に含まれるN、O、C、Sなどの元素を精度よく定量分析することができる試料中の元素分析装置(以下、単に元素分析装置といふ)を提供することである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するため、第1の発明の元素分析装置は、インパルス炉内において不活性ガスを供給しながら黒鉛るつぼ内の試料を加熱融解し、そのとき抽出されるガスをガス分析部において分析し、試料中の酸素、窒素および水素のうちの少なくとも一つを定量分析するようにした試料中の元素分析装置において、前記試料を加熱融解する前に、試料に対してハロゲンランプからの光を照射するとともに、黒鉛るつぼに通電を行って黒鉛るつぼを空焼きするようにしている(請求項1)。

【0008】 そして、第2の発明の元素分析装置は、高周波加熱炉内において酸素ガスを供給しながら磁製るつぼ内の試料を燃焼させ、そのとき発生するガスをガス分析部において分析し、試料中の炭素、硫黄および窒素のうちの少なくとも一つを定量分析するようにした試料中の元素分析装置において、前記試料を燃焼させる前に、試料に対してハロゲンランプからの光を照射するようしている(請求項2)。

【0009】 また、第3の発明の元素分析装置は、高周

波コイルを巻設した抽出セルに対して不活性ガスまたは酸素ガスのいずれかを供給する一方、前記高周波コイルに通電することにより、前記抽出セル内において高周波浮揚によって金属試料を空中に保持するとともにこの試料を加熱融解し、そのときに発生するガスを不活性ガスまたは酸素ガスによってガス分析部に搬送し、このガス分析部において前記試料中に含まれる炭素、硫黄、窒素および水素のうちの少なくとも一つを定量分析するようにした試料中の元素分析装置において、前記試料を加熱融解する前に、試料に対してハロゲンランプからの光を照射するようしている（請求項3）。

【0010】上記いずれの元素分析装置においても、試料表面に付着している付着物を予め確実に除去することができるので、試料中に微量にしか含まれない元素を精度よく定量分析することができる。

#### 【0011】

【発明の実施の形態】発明の実施の形態を、図面を参照しながら説明する。図1～図3は、第1の発明を示すものである。まず、図2は、この第1の発明における元素分析装置の構成を概略的に示すもので、この元素分析装置は、試料中のO、NおよびHのうちの少なくとも一つを定量分析するように構成されている。

【0012】すなわち、図2において、1は融解抽出炉としてのインパルス炉で、ヘリウムガスなどの不活性ガスが供給された状態で、試料を融解し、OをCOとして赤外吸収法により、NおよびHを熱伝導度法によってそれぞれ分析するもので、インパルス炉1の後段に接続されるガス流路2には、インパルス炉1において発生したガス中に含まれるダストを除去するダストフィルタ3が設けられ、その後段にはガス分析部4が設けられている。

【0013】そして、前記ガス分析部4には、インパルス炉1において抽出されたガスに含まれるCOガスを検出するための非分散型赤外線ガス分析計5、COガスをCO<sub>2</sub>に酸化する酸化触媒6、CO<sub>2</sub>除去器7、脱水器8、N<sub>2</sub>ガスを検出するための熱伝導度分析計9が設けられたラインと、COガスをCO<sub>2</sub>に酸化する常温酸化器10、CO<sub>2</sub>除去器11、脱水器12、H<sub>2</sub>ガスを検出するための熱伝導度分析計13が設けられたラインとが並列に設けられている。非分散型赤外線ガス分析計5および熱伝導度分析計9、13の出力は、図示していないデータ処理部（例えばマイクロコンピュータ）において信号処理され、O濃度、N濃度およびH濃度が得られる。ここまで構成は、従来のこの種の元素分析装置の構成と変わることろがない。

【0014】次に、この発明における元素分析装置の特徴的構成について、図1を参照しながら説明する。図1は、インパルス炉1およびこれの近傍における構成を概略的に示すもので、この図において、14は炉本体で、その内部空間15には、上部電極16およびこの上部電

極16に対して上下動して上部電極16とともに黒鉛るっぽ17を挟持する下部電極18が設けられている。19は炉本体14の上部に形成される試料投入路である。20は内部空間15に対してヘリウムガスなどの不活性ガスを供給する不活性ガス供給路で、21は不活性ガスポンベである。

【0015】22は炉本体14の上部に設けられる試料供給装置で、次のように構成されている。すなわち、23は炉本体14の上面部に気密に連設されたブロック体で、試料投入路19に連通する下孔24と、この下孔24と同芯状の前処理室25と、試料投入口26が形成されている。そして、前処理室25の上方にはハロゲンランプ27およびレンズ28が下方の試料投入路19に向けて設けられている。このハロゲンランプ27は、例えばガラス電球内にハロゲン元素またはハロゲン化合物を封入してなるものである。また、前処理室25の上部側部には真空ポンプ（図示していない）に接続された開口29が形成されている。

【0016】そして、30は前処理室25および試料投入口26の下方においてブロック体23に水平に形成された断面観円形の横孔31内を気密を保持した状態で左右方向（図において両矢印で示す方向）にスライドし、かつ回転する円柱状試料ホルダで、試料32を一時的に保持する試料受け部33を備えている。34は試料ホルダ30の一端に設けられる操作つまみである。

【0017】上記構成の元素分析装置の動作について、図3をも参照しながら説明する。

（1）まず、黒鉛るっぽ17を下部電極18に載置し、さらに、下部電極18を所定距離だけ上昇させて、黒鉛るっぽ17を上部電極16と下部電極18とによって挟持する。そして、試料ホルダ30を左方にスライドし、図3（A）に示すように、その試料受け部33を上面に向か、その開口を試料投入口26に合致させる。この状態で、試料32としての鉄鋼を試料投入口26を介して試料受け部33に入れる。

【0018】（2）次に、試料ホルダ30を右に移動させ、図3（B）に示すように、試料32を保持した試料受け部33を前処理室25の位置に合致させる。この場合、前処理室25は、予め真空ポンプによって所定の真空状態にされている。そして、図3（B）に示すように、ハロゲンランプ27を点灯し、その光（図中、仮想線で示す）を、前処理室25に位置する試料受け部33内の試料32に対して照射する。ハロゲンランプ27は、試料32の温度が400～600°Cとなるように設定されており、この光照射によって所定の前処理が行われる。この照射時間は、例えば1～3分程度でよい。この試料32の前処理と並行して、上部電極16と下部電極18を介して黒鉛るっぽ17に通電を行い、黒鉛るっぽ17を空焼きする。このとき、黒鉛るっぽ17への通電電流は、実際の分析時のそれとほぼ同じになるように

調整する。この空焼きによって、プランク影響が低減される。

【0019】(3) 前記試料32へのハロゲンランプ27の光の照射による試料32の前処理および黒鉛るつぼ17への通電による黒鉛るつぼ17の空焼きが終わると、その位置において、試料ホルダ30を180°回転して、試料受け部33に保持されている試料32を黒鉛るつぼ17内に投入する。そして、インパルス炉1内にヘリウムガスを供給した状態で、上部電極16と下部電極18を介して黒鉛るつぼ17に通電を行い、黒鉛るつぼ17内の試料32を加熱融解し、ガスを抽出するのである。

【0020】前記抽出されたガスは、図2に示したガス流路2を流れ、このガス流路2の後段に設けられた非分散型赤外線ガス分析計5において、COガスが検出され、熱伝導度分析計9、13において、N<sub>2</sub>ガス、H<sub>2</sub>ガスが検出される。非分散型赤外線ガス分析計5および熱伝導度分析計9、13の出力は、データ処理部において信号処理され、O濃度、N濃度およびH濃度が得られる。

【0021】上述したように、上記第1の発明の元素分析装置においては、分析に供される試料32に対して、その分析前にハロゲンランプ27の光を照射し、試料32の表面が400～600°Cとなることによって、試料32の取扱い時などに試料32の表面に付着した付着物を完全に除去することができ、付着物に含まれるO、NおよびHの測定結果への影響を避けることができる。そして、前記試料32を収容してこれを加熱融解させる黒鉛るつぼ17については、分析前に空焼きするようにしているので、これに含まれるO、NおよびHの測定結果への影響を避けることができる。したがって、上記発明によれば、試料32中のO、NおよびHをそれらが微量であっても、精度よく測定することができる。

【0022】なお、上記実施の形態においては、ガス分析部4を、非分散型赤外線ガス分析計5および熱伝導度分析計9、13によって構成しているが、これに代えて、質量分析計を用いてもよい。このようにした場合、分析計として種々のものを用いる必要がないとともに、酸化触媒6、CO<sub>2</sub>除去器7、11、脱水器8、12、常温酸化剤10などを設ける必要がなくなる。

【0023】図4および図5は、第2の発明を示すものである。この第2の発明における元素分析装置は、試料中のC、SおよびNのうちの少なくともいざれか一つを定量分析するように構成されている。

【0024】すなわち、図5において、41は加熱炉としての高周波加熱炉で、酸素ガスが供給された状態で試料を燃焼させ、そのとき発生するCOガス/CO<sub>2</sub>ガスおよびSO<sub>2</sub>ガスを赤外吸収法により分析するとともに、NO<sub>2</sub>ガスをNOガスに代えて化学発光分析法によって分析するもので、高周波加熱炉41の後段に接続さ

れるガス流路42には、高周波加熱炉41において抽出されたCOガス/CO<sub>2</sub>ガス、SO<sub>2</sub>ガスおよびNO<sub>2</sub>ガスに含まれる酸化ダスト、水分をそれぞれ除去するダストフィルタ43、除湿器44が設けられ、その後段にはガス分析部45が設けられている。

【0025】そして、前記ガス分析部45には、高周波加熱炉41において抽出されたガスに含まれるCOガスを酸化してCO<sub>2</sub>ガスに変換する酸化触媒46とCO<sub>2</sub>を検出するための非分散型赤外線ガス分析計47とを直列に設けたラインと、SO<sub>2</sub>を検出するための非分散型赤外線ガス分析計48を設けたラインと、NO<sub>2</sub>ガスをNOガスに変換するコンバータ49とNOガスを測定する化学発光式ガス分析計(CLD)を用いたNO<sub>x</sub>計50とを直列に設けたラインとは並列に設けられている。非分散型赤外線ガス分析計47、48およびNO<sub>x</sub>計50の出力は、図示していないデータ処理部(例えばマイクロコンピュータ)において信号処理され、C濃度、S濃度およびN濃度が得られる。ここまで構成は、従来のこの種の元素分析装置の構成と変わることろがない。

【0026】次に、この発明における元素分析装置の特徴的構成について、図4を参照しながら説明する。図4は、高周波加熱炉41およびこれの近傍における構成を概略的に示すもので、この図において、51は炉本体で、その内部空間52には、磁製るつぼ53を保持するるつぼ台54が設けられている。このるつぼ台54は、図示していない上下動機構により内部空間52を昇降し、所定の位置で停止できるように構成されている。55は炉本体51の上部外部に巻設される高周波コイルである。56は炉本体51の上部に形成される試料投入路である。57は内部空間53に対して酸素ガスを供給する酸素ガス供給路で、58は酸素ガスボンベである。

【0027】そして、上記のように構成された高周波加熱炉41には、第1の発明のインパルス炉1と同様に、その上部に試料供給装置22Aが設けられている。この試料供給装置22Aは、第1の発明における試料供給装置22Aと全く同様の構成であるので、対応する部分に同一の符号を付して、その説明は省略する。

【0028】上記構成の元素分析装置の動作を説明する。この元素分析装置においては、磁製るつぼ53は、40) 予め空焼きされている。

【0029】(11)まず、磁製るつぼ53をるつぼ台54に載置し、るつぼ台54を上昇して、磁製るつぼ53を高周波コイル55の位置において保持する。そして、試料ホルダ30を左方にスライドし、その試料受け部33を上面に向け、その開口を試料投入口26に合致させる。この状態で、試料32としての鉄鋼を試料投入口26を介して試料受け部33に入れる。

【0030】(12)次に、試料ホルダ30を右に移動させ、試料32を保持した試料受け部33を前処理室25の位置に合致させる。この場合、前処理室25は、予

め真空ポンプによって所定の真空状態にされている。そして、ハロゲンランプ27を点灯し、その光を前処理室25に位置する試料受け部33内の試料32に対して照射して、所定の前処理を行う。この照射時間は、1~3分程度でよい。

【0031】(13) 前記試料32へのハロゲンランプ27の光の照射による試料32の前処理が終わると、その位置において、試料ホルダ30を180°回転して、試料受け部33に保持されている試料32を黒鉛るつぼ53内に投入する。そして、高周波加熱炉41内に酸素ガスを供給した状態で、高周波コイル55に高周波電流を流して、磁製るつぼ53を発熱させ、これに収容されている試料32を加熱融解し、ガスを抽出するのである。

【0032】前記抽出されたガスは、図5に示したガス流路42を流れ、このガス流路42に設けられたダストフィルタ43および除湿器44においてそれぞれ酸化ダストおよび水分が除去され、非分散型赤外線ガス分析計47において、CO<sub>2</sub>ガスが検出され、非分散型赤外線ガス分析計48において、SO<sub>2</sub>ガスが検出され、NO<sub>x</sub>計50において、NOガスが検出される。これらの非分散型赤外線ガス分析計47、48およびNO<sub>x</sub>計50の出力は、データ処理部において信号処理され、C濃度、S濃度およびN濃度が得られる。

【0033】上述したように、上記第2の発明の元素分析装置においては、分析に供される試料32に対して、その分析前にハロゲンランプ27の光を照射し、試料32の表面が400~600°Cとなることによって、試料32の取扱い時などに試料32の表面に付着した付着物を完全に除去することができ、付着物に含まれるC、SおよびNの測定結果への影響を避けることができる。そして、前記試料32を収容してこれを溶解させる磁製るつぼ53については、分析前に別途空焼きしたものを用いるようにしているので、これに含まれるC、SおよびNの測定結果への影響を避けることができる。したがって、上記発明によれば、試料32中のC、SおよびNをそれらが微量であっても、精度よく測定することができる。

【0034】なお、上記実施の形態においては、ガス分析部45に非分散型赤外線ガス分析計47、48およびNO<sub>x</sub>計50などを設けて構成しているが、これに代えて、質量分析計を用いてもよい。このようにした場合、分析計として種々のものを用いる必要がないとともに、酸化触媒46やコンバータ49を設けなくてもよい。

【0035】図6は、第3の発明を示すものである。この第3の発明における元素分析装置は、試料中のC、S、N、Hのうちの少なくともいずれかを一つを定量分析するように構成されている。この元素分析装置においては、抽出セルにおいて発生した、CO<sub>2</sub>ガス、SO<sub>2</sub>ガス、NO<sub>2</sub>ガス、H<sub>2</sub>ガスをそれぞれ検出するよう

構成されている。

【0036】図6において、61は円筒状の抽出セルで、例えば内径20mm、長さ130mmの石英管よりなり、上下方向に立設されている。62は抽出セル61の下部開口を封止する部材を兼ねた試料ホルダで、上下動機構63によって上下方向(矢印AまたはB方向)に移動し、抽出セル1の下部開口を封止または開放する。64は試料ホルダ62の上面側に設けられたハロゲンランプで、その上面側にはレンズ65が設けられている。10このハロゲンランプ64は、第1発明および第2発明におけるハロゲンランプ27と同様に構成されている。

【0037】66は金属試料67を浮揚させ、その状態で加熱融解させるための高周波コイル(レビテーションコイルともいう)で、上下動機構68によって抽出セル1に沿って上下方向(矢印AまたはB方向)に移動し、所望の位置に停止するように構成されている。そして、この高周波コイル66には、図示していない高周波電源が接続されている。

【0038】69は抽出セル61にガスを導入するガス吹き出しノズルで、そのノズル端69aは下方に向いており、その上流側にはガス供給路70が接続されている。そして、このガス供給路70には、バルブ71、72を介して不活性ガスボンベ73、酸素ガスボンベ74が接続されている。

【0039】75は抽出セル61において発生したガスを導出するガス導出管で、その下流側に発生ガス流路76が接続されている。そして、この発生ガス流路76には、発生ガス中に含まれる酸化鉄などの酸化ダストを除去するダストフィルタ77、三方電磁弁78、発生ガス中に含まれる水分を除去する除湿器79、三方電磁弁80が設けられているとともに、除湿器79をバイパスするように三方電磁弁78、80間を接続するガス流路81が設けられている。82は三方電磁弁80の後段に設けられるガス分析部で、図示は省略するが、COガス/CO<sub>2</sub>ガスを検出するための非分散型赤外線ガス分析計、SO<sub>2</sub>ガスを検出するための非分散型赤外線ガス分析計、NO<sub>2</sub>ガスを検出するための化学発光式ガス分析計(CLD)およびH<sub>2</sub>ガスを検出する熱伝導度分析計が設けられている。

【0040】次に、上記構成の元素分析装置の動作について説明する。今、金属試料67として鉄鋼を用いるものとする。分析対象の鉄鋼を切断機で切断して適宜大きな円柱状または球状とする。このような金属試料67を、試料ホルダ62に載せる。

【0041】そして、前記試料ホルダ62を矢印A方向に上昇し、金属試料67を抽出セル61内に収容するとともに、抽出セル61の下部開口を閉じる。この状態で、バルブ71を開いて、不活性ガス(例えばヘリウムガス)をガス吹き出しノズル69から抽出セル61内に供給しながらハロゲンランプ64を点灯し、その光を金

属試料6 7に照射する。この照射時間は1~3分程度である。

【0042】前記状態において、高周波コイル6 6を矢印B方向に下降させ、金属試料6 7を高周波コイル6 6内に位置させる。その状態で、高周波コイル6 6に高周波電流を通電すると、金属試料6 7に誘起される誘導電流と高周波コイル6 6の磁場との相互作用によって金属試料6 7に上向き(矢印A方向)の力が働き、これによって、金属試料6 7は重力との釣合いを保ちながら抽出セル6 1内において浮揚(高周波浮揚)する。そこで、高周波コイル6 6を上方に移動し、前記高周波浮揚した金属試料6 7がヘリウムガスを吹き出しているガス吹き付けノズル6 9のノズル口6 9aの下方10~20mmの位置にくるようとする。

【0043】一方、金属試料6 7は、前記浮揚と同時に、誘導電流が金属試料6 7自身に流れてジュール熱が発生することにより、加熱融解される。この金属試料6 7の加熱は、高周波コイル6 6に通電される高周波電流の大きさを制御することにより、1000°Cまでにするのがよい。このように、ヘリウムガス気流中で金属試料6 7が融解することにより、金属試料6 5に含まれるH<sub>2</sub>ガスとなって抽出される。

【0044】前述のようにして発生したH<sub>2</sub>ガスは、キャリアガスとしてのヘリウムガスとともにガス導出管7 5を経て発生ガス流路7 6を流れる。このとき、発生ガス流路7 6における三方電磁弁7 8、8 0はいずれもオフで、バイパス流路8 1側が開状態となっている。したがって、前記H<sub>2</sub>ガス等は、ダストフィルタ7 7、三方電磁弁7 8、バイパス流路8 1、三方電磁弁8 0と流れる。このとき、ダストフィルタ7 7において前記H<sub>2</sub>ガスなどに含まれるダストが除去される。したがって、ガス分析部8 2の前段におけるガス中には、成分としてH<sub>2</sub>が含まれている。

【0045】前記H<sub>2</sub>を含むガスは、ガス分析部8 2の熱伝導度分析計によって導入されて分析され、これに基づいてH<sub>2</sub>の量が得られる。

【0046】そして、1000°C以下のH<sub>2</sub>の抽出が終了すると、抽出セル6 1に供給するガスをヘリウムガスから酸素ガスに切換える。すなわち、バルブ7 1を開じて、バルブ7 2を開くのである。

【0047】前記抽出セル6 1にガス吹き付けノズル6 9を介して酸素ガスを供給している状態においては、高周波コイル6 6に通電する高周波電流を大きくし、1000°C以上で金属試料6 7を燃焼させる。このように、金属試料6 7を酸素ガス気流中で燃焼させることにより、金属試料6 7からCOガス/CO<sub>2</sub>ガス、SO<sub>2</sub>ガスおよびNO<sub>2</sub>ガスが発生する。

【0048】前述のようにして発生したCOガス/CO<sub>2</sub>ガス、SO<sub>2</sub>ガスおよびNO<sub>2</sub>ガスは、キャリアガスとしての酸素ガスとともにガス導出管7 5を経て発生ガ

ス流路7 6を流れる。このとき、発生ガス流路7 6における三方電磁弁7 8、8 0はいずれもオンで、バイパス流路8 1側が閉状態となっている。したがって、前記COガス/CO<sub>2</sub>ガス、SO<sub>2</sub>ガスおよびNO<sub>2</sub>ガスは、ダストフィルタ7 7、三方電磁弁7 8、除湿器7 9、三方電磁弁8 0と流れる。このとき、COガス/CO<sub>2</sub>ガス、SO<sub>2</sub>ガスおよびNO<sub>2</sub>ガスに含まれる酸化ダストおよび水分は、それぞれダストフィルタ7 7、除湿器7 9において除去される。したがって、ガス分析部8 2の前段におけるガス中には、成分としてCOガス/CO<sub>2</sub>ガス、SO<sub>2</sub>ガスおよびNO<sub>2</sub>ガスが含まれている。

【0049】前記COガス/CO<sub>2</sub>ガス、SO<sub>2</sub>ガスおよびNO<sub>2</sub>ガスを含むガスは、ガス分析部8 2において分析される。すなわち、COガス/CO<sub>2</sub>ガスは他の非分散型赤外線ガス分析計において分析され、SO<sub>2</sub>ガスはガス分析部8 2において分析され、NO<sub>2</sub>ガスは化学発光式ガス分析計において分析される。これらのガス分析計の出力は、データ処理部において信号処理され、C濃度、S濃度およびN濃度が得られる。

【0050】上述したように、上記第3の発明の元素分析装置においては、分析に供される金属試料6 7に対して、その分析前にハロゲンランプ6 4の光を照射し、金属試料6 7の表面が400~600°Cとなることによって、金属試料6 7の取扱い時などに金属試料6 7の表面に付着した付着物を完全に除去することができ、付着物に含まれるC、S、N、Hの測定結果への影響を避けることができる。したがって、上記発明によれば、金属試料6 7中のC、S、NおよびHをそれらが微量であっても、精度よく測定することができる。

【0051】上記第3の発明において、例えば高周波コイル6 6を上下方向に移動させる代わりに、これを固定的に設け、試料ホルダ6 2を抽出セル6 1内において上下動させるようにして、金属試料6 7を高周波コイル6 6の所定の部位に位置させるようにしてもよい。

【0052】この実施の形態においても、ガス分析部8 2に質量分析計を設けてもよいことはいうまでもない。

### 【0053】

【発明の効果】この発明の元素分析装置によれば、分析に供される試料に対して、その分析前にハロゲンランプからの光を照射するようにして、試料表面に付着している付着物を確実に除去することができ、付着量の変動などによる分析結果のばらつきが可及的に抑えることができ、鉄鋼を始めとする各種の試料に微量に含まれるN、O、C、SおよびHなどの元素を精度よく定量分析することができる。

### 【図面の簡単な説明】

【図1】第1の発明の元素分析装置の要部の構成を概略的に示す図である。

【図2】第1の発明の元素分析装置の構成を概略的に示す図である。

【図3】第1の発明の元素分析装置の動作を説明するための図である。

【図4】第2の発明の元素分析装置の要部の構成を概略的に示す図である。

【図5】第2の発明の元素分析装置の構成を概略的に示す図である。

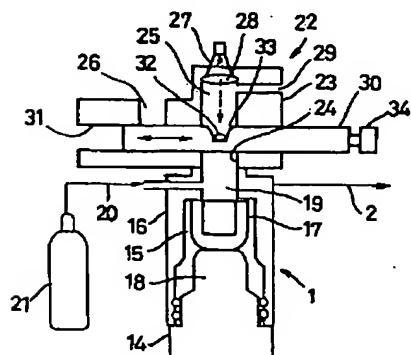
【図6】第3の発明の元素分析装置の要部の構成を概略

\*的に示す図である。

【符号の説明】

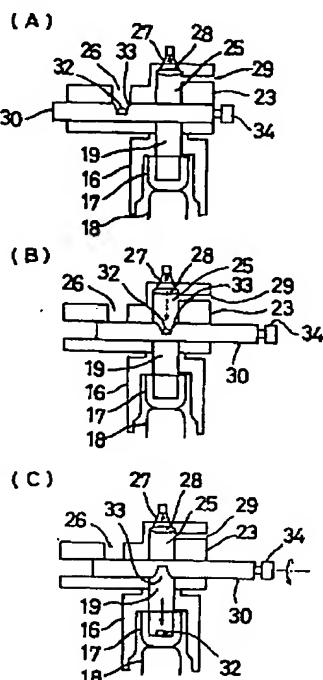
1…インパルス炉、4…ガス分析部、17…黒鉛るつぼ、27…ハロゲンランプ、32…試料、41…高周波加熱炉、45…ガス分析部、53…磁製るつぼ、61…抽出セル、64…ハロゲンランプ、66…高周波コイル、67…金属試料、82…ガス分析部。

【図1】

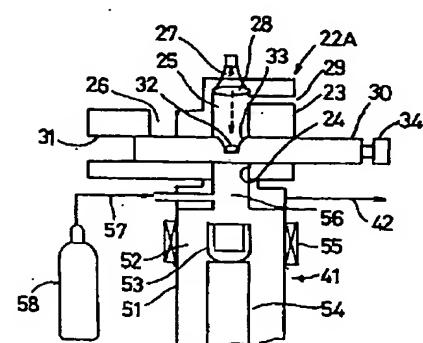


1…インパルス炉  
17…黒鉛るつぼ  
27…ハロゲンランプ  
32…試料

【図3】

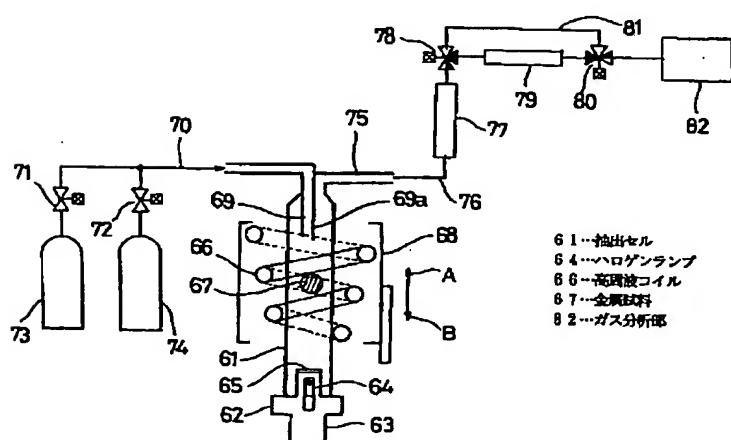


【図4】



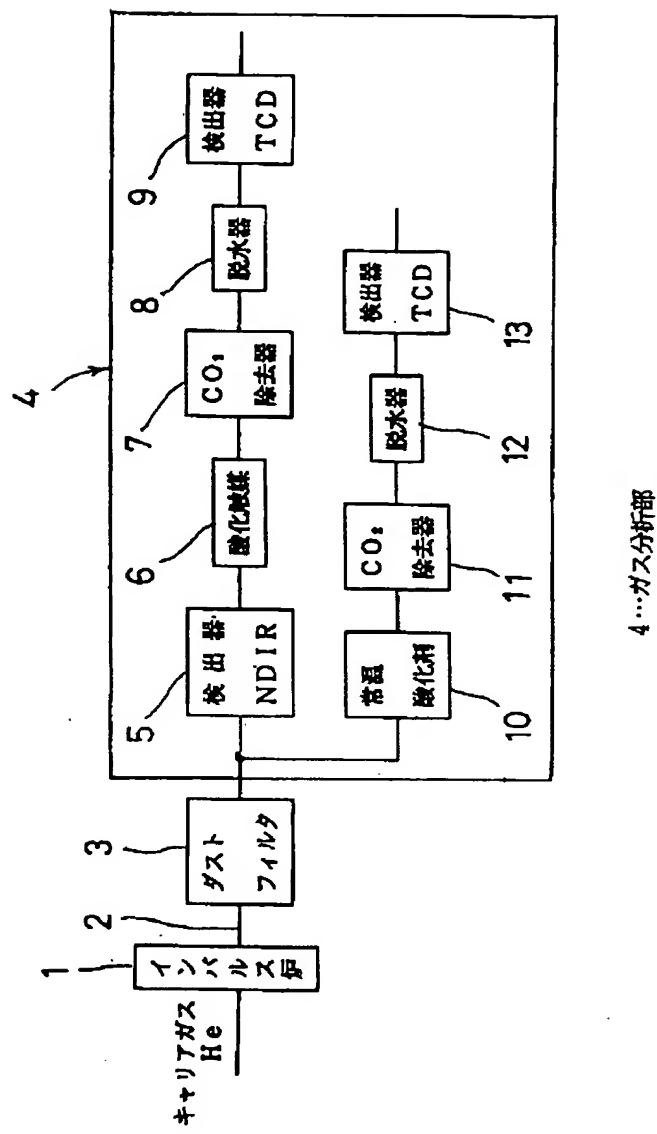
41…高周波加熱炉  
53…磁製るつぼ

【図6】



61…抽出セル  
64…ハロゲンランプ  
66…高周波コイル  
67…金属試料  
82…ガス分析部

[図2]



【図5】

